

5201+ De



① **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Off nl gungsschrift**  
⑩ **DE 199 22 538 A 1**

⑤ Int. Cl. 7:  
**A 61 K 7/50**

⑦ Aktenzeichen: 199 22 538.9  
② Anmeldetag: 10. 5. 1999  
④ Offenlegungstag: 16. 11. 2000

**DE 199 22 538 A 1**

⑦ Anmelder:  
Schülke & Mayr GmbH & Co. KG, 22851  
Norderstedt, DE

⑦ Erfinder:  
Beilfuß, Wolfgang, Dr., 22339 Hamburg, DE; Hahn,  
Gisela, 25486 Alveslohe, DE; Weber, Klaus, Dr.,  
20149 Hamburg, DE; Gradke, Ralf, 25436 Tornesch,  
DE

⑤ Entgegenhaltungen:  
US 56 70 160 A  
WO 96 20 993 A1  
WO 93 19 149 A1

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤ Flüssig-Konzentrat zur Konservierung von Kosmetika

⑦ Die Erfindung betrifft ein Flüssig-Konzentrat zur Konservierung von kosmetischen Produkten, das eine Kombination von Carbonsäuresalzen ausgewählt aus den Salzen von Benzoesäure, Propionsäure, Salicylsäure, Sorbinsäure, 4-Hydroxybenzoesäure, Dehydrasetsäure, Ameisensäure oder 10-Undecylensäure und Alkoholen ausgewählt aus 2-Phenoxyethanol, Benzylalkohol, Phenethylalkohol, 1-Phenoxy-propan-2-ol, 3-(4-Chlorphenoxy)-1,2-propandiol, Chlorbutanolium oder 2,4-Dichlorbenzylalkohol in einem Lösungsmittel enthält, wobei der Wirkstoffanteil höher als 45 Gew.-% ist.

**DE 199 22 538 A 1**

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Flüssig-Konzentrat auf Basis von Carbonsäuresalzen und Alkoholen sowie dessen Verwendung zur Konservierung von kosmetischen Produkten.

Kosmetische Produkte, insbesondere "rinse-off"-Produkte wie Shampoos, deren pH-Werte in der Regel den Wert 5–6 nicht überschreiten, werden verstärkt mit organischen Säuren bzw. deren Salzen in Kombination mit Alkoholen konserviert, da Säuren und Alkohole allein zur Konservierung von Kosmetika nicht ausreichen. Diese Substanzen werden häufig individuell auf die Produkte abgestimmt und einzeln eingesetzt. Bekannt ist auch der Einsatz der Wirkstoffkombinationen in Anwendungskonzentrationen.

Aus der DE-A-40 26 765 ist ein Konservierungsmittel für "rinse-off"-Produkte bekannt, das aus Carbonsäure bzw. deren Salze, Alkohol und Biguanid gebildet wird. Jeder dieser drei Komponenten ist für die erzielte Wirkung wesentlich. Der Einsatz von Polyhexamethylenbiguanidsalze in anionensidbasierten "rinse-off"-Produkten wie Shampoos ist problematisch, da es zu Wechselwirkung unter Bildung von Ausfällungen oder Wirkungsinaktivierung kommen kann.

Die bekannten Konservierungsmittel weisen den Nachteil auf, daß sie bei einem hohen Anteil der Wirkstoffe nicht ausreichend stabil, insbesondere kältestabil sind.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Flüssig-Konzentrat mit hohem Wirkstoffanteil auf Basis einer Wirkstoffkombination aus Carbonsäuresalzen und Alkoholen mit möglichst wenig Hilfsstoff (Lösungsmittel) zur Verfügung zu stellen, das eine hohe mikrobiologische und physikalische (einschließlich Kälte-)Stabilität aufweist und zusätzlich Handhabungs- und Kostenvorteile gegenüber bekannten Konservierungsmitteln bietet.

Als Lösung dieser Aufgabe wird gemäß Anspruch 1 ein Flüssig-Konzentrat vorgeschlagen, das aus einer Carbonsäurekomponente (A), einer Alkoholkomponente (B), einem Lösungsmittel (C) und gegebenenfalls weitere Hilfs-, Zusatz- und/oder Wirkstoffen besteht und dadurch gekennzeichnet ist, daß die Carbonsäurekomponente (A) mindestens ein Salz ausgewählt aus den Salzen von Benzoesäure, Propionsäure, Salicylsäure, Sorbinsäure, 4-Hydroxybenzoesäure, Dehydracetsäure, Ameisensäure oder 10-Undecylensäure und gegebenenfalls auch eine oder mehrere der genannten freien Säure umfaßt und die Alkoholkomponente (B) mindestens einen Alkohol ausgewählt aus 2-Phenoxyethanol, Benzylalkohol, Phenethylalkohol, 1-Phenoxy-propan-2-ol, 3-(4-Chlorphenoxy)-1,2-propandiol, Chlorbutanolium oder 2,4-Dichlorbenzylalkohol umfaßt, wobei der Gesamtanteil der Komponenten A und B, bezogen auf das gesamte Konzentrat, höher als 45 Gew.-% ist.

Vorzugsweise umfaßt die Carbonsäurekomponente (A) Benzoesäure- und/oder Sorbinsäure-Salze, wobei Na-benzoat und K-sorbat am meisten bevorzugt sind. Vorzugsweise umfaßt die Alkoholkomponente (B) 2-Phenoxyethanol, Benzylalkohol und/oder 1-Phenoxy-propan-2-ol, wobei 2-Phenoxyethanol und Benzylalkohol am meisten bevorzugt sind.

Als weitere Wirkstoffe können Parabene oder deren Alkalisalze, halogenhaltige Verbindungen wie IPBC, Formaldehyd-Depot-Verbindungen wie DMDMH oder Imidazolidinylharnstoff, Phenole wie o-Phenylphenol oder seine Salze. Kationaktive Stoffe sind vorzugsweise ausgeschlossen.

Das bevorzugte Lösungsmittel ist Wasser.

Bevorzugt werden Flüssig-Konzentrate mit einem hohen Wirkstoffanteil und einem vergleichsweise geringen Lösungsmittelanteil. Zum Beispiel ist der Gesamtanteil der Carbonsäurekomponente und der Alkoholkomponente höher als 60% und insbesondere höher als 80% und der Lösungsmittelanteil ist niedriger als 40% bzw. 20%.

Bevorzugte Ausführungsformen sind Gegenstand der Unteransprüche.

Der erfindungsgemäße hohe Wirkstoffanteil des Flüssig-Konzentrates wird überraschenderweise durch die Verwendung von Carbonsäuresalzen, im Gegensatz zu freien Säuren, in Kombination mit den Alkoholen erreicht. Versuche, die erfindungsgemäßen hohen Konzentrationsgrade mit freien Säuren bei gleichzeitiger Formulierung eines stabilen Konzentrates zu erreichen, schlagen fehl.

Die Herstellung der Konzentrate erfolgt durch einfaches Mischen. Zum Beispiel werden die Salze im Wasser unter Rühren gelöst und die Alkohole homogen eingerührt.

Vorteilhaft ist, daß die erfindungsgemäßen Flüssig-Konzentrate aufgrund ihrer Wasserlöslichkeit durch einfaches Verdünnen in die kosmetischen Produkte eingefügt werden können. Dies bietet Handhabungs- und Kostenvorteile gegenüber dem Einsatz der Einzelsubstanzen, welche Pulver oder Granulate (z. B. Na-benzoat oder K-sorbat) bzw. Flüssigkeiten (z. B. Phenoxyethanol) sein können. Durch den hohen Wirkstoffanteil im Konzentrat (bevorzugt höher als 80%) können auch Lagerungs- und Transportkosten reduziert werden.

Ein Zusatz der erfindungsgemäßen Alkohole vermindert offenbar die Kristallisation der Säuresalze in der Zubereitung, insbesondere bei Eindunstung (z. B. an der Gebindeöffnung) oder bei Unterkühlung. Dementsprechend wird wohl auch die Kältestabilität des Flüssig-Konzentrates verbessert, insbesondere bei Transport oder Lagerung bei niedrigen Temperaturen. Selbst bei z. B. –5°C bleibt das Konzentrat flüssig und pumpbar.

Außerdem dienen die Alkohole gleichzeitig als Konservierungsstoff für die schwach alkalischen, wasserbasierenden Salz-Konzentrate, die in diesem pH-Bereich allein nicht ausreichend antimikrobiell wirksam sind. Ohne Alkohol-Zusatz kommt es in Grenzbereichen (z. B. durch Verdünnungseffekte infolge von Kondensatbildung oder bei Verdünnung mit Wasser) zu unerwünschtem Keimwachstum in der Zubereitung.

Ferner weisen die erfindungsgemäßen Alkohole eine hinreichend gute und wünschenswerte antimikrobielle Dampfphasenwirkung auf, die zu einer sicheren Konservierung der "rinse-off"-Produkte beiträgt. Dadurch wird ein breites Wirkungsspektrum erreicht.

Da sich die erfindungsgemäßen Konzentrate auch als Lösungsmittel bzw. Lösungsvermittler bzw. Träger für weitere Wirkstoffe eignen, kann der Einsatz sonst üblicher Lösungsmittel ohne antimikrobielle Wirksamkeit minimiert oder ganz ausgeschlossen werden.

Die Konzentrate sind stabil über einen breiten pH-Bereich. Eventuelle Ausfällungen bei niedrigem pH lösen sich bei Verdünnung auf bzw. sind durch pH-Korrektur reversibel.

Die erfindungsgemäßen Flüssig-Konzentrate haben ein niedriges Restrisiko beim Einsatz und sind ausreichend sicher. Die erfindungsgemäßen Konzentrate haben daher insbesondere die folgenden Vorteile:

- flüssig;
- hoher Wirkstoffanteil, geringer Lösungsmittelanteil;
- Handhabungs- und Kostenvorteile;
- breites Wirkungsspektrum einschließlich Dampfphasenwirkung;
- wasserbasiert, enthält nur Wirkstoffe und Wasser als Lösungsmittel (bevorzugt);
- stabil über breite pH- und Temperatur-Bereiche;
- löslich in Wasser (im Endprodukt und in Vorverdünnungen);
- kann bei der Produktion von Kosmetika als Lösungsmittel, Lösungsvermittler oder Träger für andere Inhaltsstoffe dienen (z. B. Parfüm o. a.);
- sicher - niedriges Restrisiko beim Einsatz;
- kältestabil, flüssig und pumpbar bei niedrigen Temperaturen;
- mischbar, verträglich mit einer breiten Palette von Inhaltsstoffen.

Die erfindungsgemäßen Konzentrate eignen sich für die Herstellung von kosmetischen Produkten, insbesondere für "rinse-off"-Produkte wie Shampoos, deren pH-Werte in der Regel geringer als 7, insbesondere geringer als 6 sind.

Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert. Wenn nicht anderes angegeben ist, sind alle Prozentangaben auf das Gewicht bezogen.

#### Beispiel 1

Herstellung und Eigenschaften von Flüssig-Konzentraten auf Basis Na-benzoat, K-sorbat und Phenoxyethanol

Es wurden Flüssig-Konzentrate mit der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Tabelle 1

Vorlösung	% (w/w)	Einwage in g
Na-benzoat	30,00	1440,0
Sorbinsäure	11,20	537,6
Kalilauge (45%)	12,25	588,0
VE-Wasser	43,55	2090,4
	97,0	4656,0

(Angaben beziehen sich auf das Gewicht der fertigen Formulierungen)

Es wurden 2090,0 g voll entsalztes (VE) Wasser vorgelegt und unter Rühren 588,0 g Kalilauge zugegeben. Anschließend wurde der Ansatz in ein Eisbad gestellt und langsam wurden die 537,6 g Sorbinsäure zugegeben, wobei die Temperatur nur sehr wenig anstieg. Dann wurden, ebenfalls unter Rühren, die 1440,0 g Nabenzoat zugegeben und es wurde längere Zeit gerührt. Die Lösung wurde filtriert und war klar und gelblich (Farbzahl Hazen 46; Gardner 0,1).

Dann wurden dreimal 970 g der Vorlösung abgewogen und 5, 10 und 15 g Phenoxyethanol zugegeben. Die jeweilige Menge wurde gedrittelt und mit wenigen Tropfen 45- und 5%-iger Kalilauge auf die verschiedenen pH-Werte eingestellt. Für Proben ohne Phenoxyethanol wurden 323,33 g Vorlösung abgewogen und dann ebenfalls auf die verschiedenen pH-Werte eingestellt. Jede der Proben wurde dann auf 333,33 g mit VE-Wasser aufgewogen.

Im Ergebnis wurden folgende Formulierungen hergestellt:

Tabelle 2

Formulierung	A (%)	B (%)	C (%)	D (%)	E (%)	F (%)
Na-benzoat	30,00	30,00	30,00	30,00	30,00	30,00
Sorbinsäure	11,20	11,20	11,20	11,20	11,20	11,20
Kalilauge (45%)	12,25	12,25	12,25	12,25	12,25	12,25
VE-Wasser	46,05	46,05	46,05	45,55	45,55	45,55
Phenoxyethanol	0,05	0,50	0,05	1,00	1,00	1,00
pH-Wert	8,60	9,25	10,02	8,60	9,25	10,02

(Angaben in Gew.%)

Tabelle 2

(Fortsetzung)

Formulierung	G (%)	H (%)	I (%)	J (%)	K (%)	L (%)
Na-benzoat	30,00	30,00	30,00	30,00	30,00	30,00
Sorbinsäure	11,20	11,20	11,20	11,20	11,20	11,20
Kalilauge (45%)	12,25	12,25	12,25	12,25	12,25	12,25
VE-Wasser	45,05	45,05	45,05	46,55	46,55	46,55
Phenoxyethanol	1,05	1,50	1,05			
pH-Wert	8,60	9,25	10,02	8,60	9,25	10,02

(Angaben in Gew.%)

Die Formulierungen A-L wurden dann auf physikalische und mikrobiologische Stabilität geprüft.

## 1. Physikalische Stabilität

Die Lösungen sind nach 3 Monaten bei -5°C unverändert klar. Dies zeigt, daß die Flüssig-Konzentrate eine hohe physikalische Stabilität aufweisen.

## 2. Mikrobiologische Stabilität

Formulierungen A-L und deren 50%ige wäßrigen Lösungen wurden anhand der im Beispiel 4 beschriebenen Methode auf die Wirksamkeit als Konservierungsmittel gegen verschiedene Keime untersucht.

Es hat sich ergeben, daß ohne Zusatz von Phenoxyethanol die Formulierungen bzw. deren 50%igen wäßrigen Lösungen nicht ausreichend mikrobiologisch stabil sind. In Abhängigkeit vom pH-Wert und der Verdünnungsstufe zeigt sich eine gewisse Anfälligkeit der phenoxyethanol-freien Lösungen gegen Keimwachstum. Aus Sicherheitsgründen wird eine Konservierung dieser Zubereitungen empfohlen.

## Beispiel 2

Herstellung von Flüssig-Konzentraten auf Basis K-sorbat bzw. Sorbinsäure, Benzylalkohol und Phenoxyethanol

Es wurden Flüssig-Konzentrate mit der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Tabelle 3

Formulierung	M (Teile / %)	N (Teile / %)
K-sorbat	5 / 38,5%	5 / 38,5% 3 / 23% 5 / 38,5%
Benzylalkohol	5 / 38,5%	
Phenoxyethanol	3 / 23%	
Sorbinsäure		
Aussehen nach 24h Rühren bei Raumtemperatur	keine klare Lösung/ dicker weißer Rück- stand	keine klare Lösung/ dicker weißer Rück- stand

Tabelle 3

(Fortsetzung)

Formulierung	O (Teile/ %)	P (Teile/ %)	R (Teile/ %)
K-sorbat	3 / 23%	5 / 40,85% 5 / 40,85% 2,24 / 18,30%	5 / 20%
Benzylalkohol	5 / 38,5%		5 / 20%
Phenoxyethanol	5 / 38,5%		2,24 / 8,96%
Sorbinsäure			12,76/51,04%
1-Methoxypro- panol-2			
Aussehen nach 24h Rühren bei Raumtemperatur	keine klare Lösung	keine klare Lösung	klare farb- lose Lösung

Aus der Tabelle 3 ist ersichtlich, daß weder durch Einsatz von K-sorbat noch durch Einsatz von Sorbinsäure ein homogenes, stabiles Konzentrat (Formulierungen M bis P) erhalten werden kann. Erst der Einsatz erheblicher Mengen eines organischen Lösungsmittels führt zu einem Flüssig-Konzentrat (Formulierung R). Die Kältestabilität dieses Flüssig-Konzentrates (R) ist jedoch nicht ausreichend: nach Lagerung bei  $-5^{\circ}\text{C}$  kristallisiert die Sorbinsäure zum Teil aus.

Beispiel 3

Lacerstabilität von Zubereitungen gemäß DE-A-40 26 765 (Vergleichsversuche)

Es wurden Zubereitungen gemäß den Beispielen 7 (Tabelle 4) und 8 (Tabelle 5) der DE-A-40 26 756 hergestellt, indem die Substanzen zusammengegeben und mindestens 3 Stunden bei Raumtemperatur gerührt wurden. Das Aussehen der Zubereitungen unmittelbar nach der Herstellung und nach einer tagelangen Lagerung bei  $-5^{\circ}\text{C}$  wurde beobachtet. Wie aus den Tabellen 4 und 5 ersichtlich, sind die Zubereitungen nicht ausreichend stabil bzw. kältestabil.

Tabelle 4

	A	B	C	D	E	F	G
Dehydracetsäure	10,0	10,0	10,0		12,5		10,0
Benzoesäure	10,0	10,0	10,0	20,0	12,5	25,0	10,0
Sorbinsäure	1,0						
Polyhexamethylenbiguanid	4,0	5,0	5,0	5,0			27,8
VE-Wasser	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	52,2
Benzylalkohol	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	
Phenoxypropanole	klare, gelbe Lösung	klare, gelbe Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	klare, gelbe Lösung
Aussehen 04.05.99							
Niederschlagsvolumen zur Gesamtmenge							
Die Proben A, B und G wurden am 04.05.99 bei -5°C eingelagert.							
Aussehen -6°C Muster am 05.05.99							
	gelber Niederschlag in gelber Lösung ca. 25%	gelber Niederschlag in gelber Lösung ca. 25%					gelber Niederschlag in gelber Lösung ca. 80%
Niederschlagsvolumen zur Gesamtmenge							

Tabelle 5

	A	B	C	D	E	F	G
Dehydracetsäure	10,0	10,0					10,0
Benzoesäure	10,0	10,0	10,0		14,0		10,0
Sorbinsäure			10,0	20,0	14,0	28,0	
Polyhexamethylenbiguanid	2,0						
VE-Wasser	6,0	8,0	8,0	8,0			
Benzylalkohol	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	27,8
Phenoxyethanol	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	47,0	52,2
Aussehen 04.05.99	trübe, gelbe Lösung	klare, gelbe Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	weißer Niederschlag in farbloser Lösung	klare, gelbe Lösung
Niederschlagsvolumen zur Gesamtmenge							
Die Proben A, B und G wurden am 04.05.99 bei -5°C eingelagert.							
Aussehen -5°C Muster am 05.05.99							
	gelber Niederschlag in gelber Lösung ca. 80%	gelber Niederschlag in gelber Lösung ca. 95%					gelber Niederschlag in gelber Lösung ca. 40%
Niederschlagsvolumen zur Gesamtmenge							

Beispiel 4

Methode zur Bestimmung der Konservierungswirkung von chemischen Konservierungsmitteln in Kosmetik-Formulierungen

Prinzip

Mit Hilfe der beschriebenen Methode soll die Wirksamkeit chemischer Konservierungsmittel im Hinblick auf die Gebinde-Konservierung für Kosmetik-Formulierungen überprüft werden. Hierzu werden in verschiedenen Versuchsansätzen zu den unkonservierten Proben die zu untersuchenden Konservierungsmittel in verschiedenen Konzentrationen zu-

# DE 199 22 538 A 1

gegeben. Eine laufende Keimbelastung wird durch periodisches Beimpfen der Versuchsansätze erreicht. Parallel zur Beimpfung werden jeweils unmittelbar davor Ausstriche der einzelnen Ansätze vorgenommen. Es erfolgt eine Beurteilung anhand des mikrobiellen Wachstums der Ausstriche. Ein Konservierungsmittel ist umso wirksamer, je länger der Zeitraum bis zum ersten Auftreten mikrobiellen Wachstum ist.

## Lösungen und Nährmedien

CSA (Caseinpepton-Sojamehlpepton-Agar)  
SA (Sabouraud-Dextrose-Agar)  
SA-Schrägröhrchen  
CSA + TL.SII (Nr. 4)  
SA-TL.SII (Nr. 10)  
NaCl (physiologische Kochsalzlösung, 8,5%)

## Testkeime

Gruppe 1 (Koko 1)	Staphylococcus aureus	ATCC 6538
	Staphylococcus epidermis	ATCC 12228
Gruppe 2 (Koko 2)	Enterobacter gergoviae	Dr.Eigener/Firma Beiersdorf 1994
	Escherichia coli	ATCC 11229
	Klebsiella pneumoniae	ATCC 4352
Gruppe 3 (Koko 3)	Pseudomonas aeruginosa	ATCC 15442
	Pseudomonas fluorescens	ATCC 17397
	Pseudomonas putida	ATCC 12633
Gruppe 4 (Koko 4)	Aspergillus niger	ATCC 6275
	Penicillium funiculosum	ATCC 36839
	Candida albicans	ATCC 10231
Gruppe 5(Mischsuspension)	die Keime aller vier Gruppen	

## Anzucht der Testkeime

Bakterien: Ausstrich mit sterilem Glasstab auf CS-Agar  
Hefen: Ausstrich mit sterilem Glasstab auf SA-Agar  
Pilze: Aspergillus niger wird auf 4Sa-Schrägröhrchen übertragen  
Penicillium funiculosum wird auf Sa-Agarplatten übertragen.  
Alle Testkeime werden eine Woche bei  $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  bebrütet.  
Die Testkeime werden im Abstand von 3 bis 4 Monaten erneuert.

## Herstellung der Impflösung

(Gruppen 1 bis 3)

Die Bakterien werden mit je 5 ml NaCl-Lösung abgeschwemmt, durch einen Glastrichter mit Glaswolle in einen 100 ml-Meßzylinder filtriert und mit NaCl auf 100 ml aufgefüllt. Die Bakteriensuspensionen haben einen Titer von ca.  $10^9$  KBE/ml.

## Herstellung der Impflösung Gruppe 4)

Drei Aspergillus niger-Schrägröhrchen werden mit je 3 ml NaCl-Lösung auf dem Heldolph-Rührer geschüttelt und durch einen Glastrichter mit Glaswolle gegeben. Die Hefe Candida albicans wird mit 5 ml NaCl abgeschwemmt und ebenfalls durch den Glastrichter gegossen. 5 ml einer Penicillin funiculosum-Suspension (Herstellung der Pilzsuspension siehe Prüfanweisung Nr. 22) wird in diese Mischung gegeben und mit NaCl auf 100 ml aufgefüllt. Die Pilzsuspension hat einen Titer von ca.  $10^{5-9}$  KBE/ml.



# DE 199 22 538 A 1

## Herstellung der Impflösung

### (Gruppe 5)

Die Herstellung der Impflösung erfolgt wie oben beschrieben (Gruppen 1 bis 4). Nach dem Abschwemmen werden diese gemischt und dann erst auf 100 ml mit NaCl aufgefüllt. 5

Alle Keimsuspensionen werden getrennt in sterile Glasstopfen-Flaschen mit Glasperlen umgefüllt und 5 min bei 200 Einheiten/min Schüttelfrequenz (Hin- und Her-Bewegung) geschüttelt. Der Keimgehalt der Mischsuspension liegt bei  $10^9$  KBE/ml. Die Suspensionen sollten am Herstellungstag verwendet werden, können aber bei Lagerung im Kühlschrank auch nach 24 Stunden eingesetzt werden. 10

### Durchführung

In getrennten Ansätzen werden jeweils 25 g des zu prüfenden Kosmetikums mit den zu untersuchenden Konservierungsmitteln in unterschiedlichen Konzentrationen versetzt. Als Wachstumskontrolle dient jeweils ein unkonserviertes Produktmuster. Die Testansätze werden einmal wöchentlich nach gründlichem Verrühren mit einem sterilen Glasstab auf CSA/TLSH und Sa/TLSH ausgetrichen, wobei der erste Anstrich unmittelbar vor der Neueimpfung erfolgt. Alle Proben werden mit 0,1 ml der jeweiligen Keimsuspension beimpft und gründlich verrührt. 15

Die Beurteilung des mikrobiellen Wachstums der Ausstriche erfolgt nach einer dreitägigen Inkubation bei  $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ . Negative Ausstriche werden sicherheitshalber weitere 2 Tage beobachtet und nochmals beurteilt. Die Beurteilung der Konservierungswirkung der einzelnen Produktkonzentration erfolgt in halbqualitativer Methode über den Bewuchs der einzelnen Ausstriche. 20

Der Test wird üblicherweise über sechs Impfzyklen durchgeführt und nach zweimaligem massiven Wachstum abgebrochen. 25

### Beurteilung der Ergebnisse

Ein Konservierungsmittel ist dann als gut zu beurteilen, wenn es unter den obengenannten Laborbedingungen einen Zeitraum von 6 Wochen ohne Keimbefall der Probenansätze besteht, d. h. auch nach der sechsten Beimpfung kein mikrobielles Wachstum nachweisbar ist. 30

### Patentansprüche

1. Flüssig-Konzentrat zur Konservierung von Kosmetika, das aus einer Carbonsäurekomponente (A), einer Alkoholkomponente (B), einem Lösungsmittel (C) und gegebenenfalls üblichen Hilfs-, Zusatz- und/oder weiteren Wirkstoffen besteht, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Carbonsäurekomponente (A) mindestens ein Salz ausgewählt aus den Salzen von Benzoesäure, Propionsäure, Salicylsäure, Sorbinsäure, 4-Hydroxybenzoesäure, Dehydracetsäure, Ameisensäure oder 10-Undecylensäure und gegebenenfalls eine der genannten freien Säure umfaßt und die Alkoholkomponente (B) mindestens einen Alkohol ausgewählt aus 2-Phenoxyethanol, Benzylalkohol, Phenethylalkohol, 1-Phenoxy-propan-2-ol, 3-(4-Chlorphenoxy)-1,2-propandiol, Chlorbutanol oder 2,4-Dichlorbenzylalkohol umfaßt, wobei der Gesamtanteil der Komponenten A und B höher als 45 Gew.-% ist. 35
2. Flüssig-Konzentrat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gesamtanteil der Komponenten A und B höher als 80 Gew.-% ist.
3. Flüssig-Konzentrat nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel Wasser ist.
4. Flüssig-Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Salzen um Na-benzoat und K-sorbat handelt. 45
5. Flüssig-Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es 15 Gew.-% K-sorbat, 30 Gew.-% Nabenzoat, bis zu 15 Gew.-% Phenoxyethanol und Wasser umfaßt.
6. Flüssig-Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es 18,75 Gew.-% K-sorbat, 31,25 Gew.-% Phenoxyethanol, 31,25 Gew.-% Benzylalkohol und 18,75 Gew.-% Wasser umfaßt. 50
7. Verwendung eines Flüssig-Konzentrats gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 zur Herstellung von kosmetischen Produkten.
8. Verwendung eines Flüssig-Konzentrats gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 als Konservierungsmittel für kosmetische Produkte.
9. Verwendung nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert der kosmetischen Produkte geringer als 7, vorzugsweise geringer als 6 ist. 55
10. Verwendung nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den kosmetischen Produkten um "rinse-off"-Produkte handelt.
11. Verwendung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den "rinse-off"-Produkten um Shampoos handelt. 60

- Leerseite -